

DIALOG(R) File 351:Derwent WPI  
(c) 2004 Thomson Derwent. All rts. reserv.

013472369 \*\*Image available\*\*  
WPI Acc No: 2000-644312/ **200062**  
XRPX Acc No: N00-478137

**Micro dispenser for chemical compound synthesis and detector, has piezo thin film which provide mechanical vibration to move the liquid smoothly in liquid flow path provided on electrode**

Patent Assignee: SEIKO EPSON CORP (SHIH )  
Number of Countries: 001 Number of Patents: 001

Patent Family:

Patent No	Kind	Date	Applicat No	Kind	Date	Week
JP 2000274375	A	20001003	JP 9982586	A	19990325	200062 B

Priority Applications (No Type Date): JP 9982586 A 19990325

Patent Details:

Patent No	Kind	Lan Pg	Main IPC	Filing Notes
JP 2000274375	A	5	F04B-043/04	

Abstract (Basic): **JP 2000274375 A**

NOVELTY - A piezo thin film which provides mechanical vibration is provided on the liquid flow path which is provided on the electrode. The liquid is made to move smoothly by mechanical vibration caused by the specific oscillating piezo thin film. Monomolecular film is formed on the piezo thin film surface by the organic molecule containing sulfur.

USE - For microdosage in synthesis of chemical compounds.

ADVANTAGE - Ensures effective chemical reaction of micro reaction chip within short time.

DESCRIPTION OF DRAWING(S) - The figure shows the model diagram of production process of piezo oscillation layer device.

pp; 5 DwgNo 1/3

Title Terms: MICRO; DISPENSE; CHEMICAL; COMPOUND; SYNTHESIS; DETECT; PIEZO; THIN; FILM; MECHANICAL; VIBRATION; MOVE; LIQUID; SMOOTH; LIQUID; FLOW; PATH; ELECTRODE

Derwent Class: Q56

International Patent Class (Main): F04B-043/04

File Segment: EngPI

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2000-274375

(P2000-274375A)

(43)公開日 平成12年10月3日 (2000.10.3)

(51)Int.Cl.  
F 04 B 43/04

識別記号

F I  
F 04 B 43/04

テ-マコ-ト(参考)  
B 3H077

審査請求 未請求 請求項の数 4 OL (全 5 頁)

(21)出願番号 特願平11-82586

(22)出願日 平成11年3月25日(1999.3.25)

(71)出願人 000002369

セイコーエプソン株式会社  
東京都新宿区西新宿2丁目4番1号

(72)発明者 福島 均

長野県諏訪市大和3丁目3番5号 セイコ  
エプソン株式会社内

(72)発明者 宮下 優

長野県諏訪市大和3丁目3番5号 セイコ  
エプソン株式会社内

(74)代理人 100093388

弁理士 鈴木 喜三郎 (外2名)  
F ターム(参考) 3H077 AA08 BB10 CC02 CC10 DD08  
EE05 EE15 EE34 FF14 FF36

(54)【発明の名称】 マイクロ液体流動デバイス

(57)【要約】

【課題】本発明の課題は、チップ上で行うマイクロ合成に必要な出発物質の移動供給手段として従来とは異なる方法を導入することである。すなわち、マイクロ反応チップ上に設けてある複数の微少な化学反応場に短時間に、効率よく、試料を正確に導入する方法を提供することである。

【解決手段】任意の電極基板回路と、電極上に設けられた微少サイズの液体流動経路上に、同じく任意の微少構造形状を有する、複数又は単独の機械的振動を付与する薄膜を設け、その振動薄膜がある特定の振動周期によって引き起こされる機械的振動により、液体流動経路に満たされた液状組成物を流路にそってスムーズに移動させることを特徴とするマイクロ液体流動デバイスを作成する。また微少構造の機械的振動膜がビエゾ薄膜組成物から構成されておりさらに、濡れ性を制御させる自己粗緻化膜を流路に設けて液体流動性を向上させる。

【特許請求の範囲】

【請求項1】任意の電極基板回路と、電極上に設けられた微少サイズの液体流動経路上に、同じく任意の微少構造形状を有する、複数又は単独の機械的振動を付与する薄膜を設け、その振動薄膜がある特定の振動周期によって引き起こされる機械的振動により、液体流動経路に満たされた液状組成物を流路にそってスムーズに移動させることを特徴とするマイクロ液体流動デバイス。

【請求項2】前記マイクロ液体流動デバイスにおいて、請求項1に記載の微少構造の機械的振動膜がビエゾ薄膜組成物から構成されていることを特徴とするマイクロ液体流動デバイス。

【請求項3】前記マイクロ液体流動デバイスにおいて、請求項2に記載の微少構造の液体流路上に金薄膜が形成され、さらに金薄膜表面上にイオウを含む有機分子によって单分子膜が形成されていることを特徴とするマイクロ液体流動デバイス。

【請求項4】前記マイクロ液体流動デバイスにおいて、請求項3に記載の微少構造の液体流路上に設けられた单分子膜が液体組成に対して高い濡れ性を示す化学組成で形成されていることを特徴とするマイクロ液体流動デバイス。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は微量物質合成及び検出装置に係わり、特に複数の異なる化学物質を機械的手法によって移動させ、微少量化学反応をリアルタイムで検出できる材料反応及びセンシング装置に関する。

【0002】

【従来の技術】化学工業の分野にて化学物質の合成は従来、反応出発物質及び必要な反応試薬、又は触媒などを複数用意して、1つの反応容器又は反応装置内に混合導入させた後、加熱、光などによって化学反応を促進させる方法で進められてきた。これら従来の方法、特に最初の探索段階では反応終了後に目的物以外の副生成物が大量に作られる可能性、または目的物がまったく得られない可能性も多くある。よって、最終的に正しい合成経路を確立するためにはかなり無駄な化合物の消費を強いられることになる。これら反応の制御自体が反応容器の外からは、リアルタイムでは困難であり、また反応の進行状況を同じくリアルタイムで計測することも難しい。不需要に合成される化学物質は昨今の地球的環境問題の観点から大きな問題になり、また、これら無駄な資源の消費及び副生成物の処理には多大なコストが費やされるため、経済効率の観点からも問題となる。

【0003】これらの状況を改善させるため、最近、マイクロ反応デバイスなど、いわゆるごく微量の材料のみをマイクロチップ上で反応させ、反応制御、モニターなどをチップ上のセンサーで行うアイデアが提出されており、その開発が進んでいる。例えば、電気化学的な原理

によって液体の流動を制御させたり（サイエンス、vol 283, 1999年1月1日、57-60ページ）、DNAを含む溶液をマイクロキャビラリーによる電気泳動によってチップ上の微細流路中で移動制御したり（プロセッシング オブ ナショナル アカデミー オブ サイエンス、U.S.A., Vol 96, 1999年1月、11-13ページ）する手法でチップ上、液体の移動制御を試みている。しかしながら、これらの方法はいくつか実用上問題がある。まず、チップ上で液体を移動させる速度及び移動容量が低いため短時間で多量の試料を処理できない。また、上記手法ではたとえば、非水系（有機溶媒に溶けたものなど）を移動制御するのには適していない。さらに溶液の許容粘度範囲が狭いために使用できるサンプルは限定される。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】そこで、本発明は上記不都合に鑑み、チップ上で行うマイクロ合成に必要な出発物質の移動供給手段として従来とは異なる方法を導入するものである。

【0005】すなわち、本発明の課題は、マイクロ反応チップ上に設けてある複数の微少な化学反応場に短時間に、効率よく、試料を正確に導入する方法を提供することである。

【0006】

【課題を解決するための手段】請求項1に記載の発明によれば、任意の電極基板回路と、電極上に設けられた微少サイズの液体流動経路上に、同じく任意の微少構造形状を有する、複数又は単独の機械的振動を付与する薄膜を設け、その振動薄膜がある特定の振動周期によって引き起こされる機械的振動により、液体流動経路に満たされた液状組成物を流路にそってスムーズに移動させることを特徴とするマイクロ液体流動デバイスである。本構成によれば、短時間に、効率よく、化学材料を正確に導入する方法を提供し、それらの化学反応の制御及び生成物検出を効率よく出来るという効果を有する。

【0007】請求項2に記載の発明によれば、前記マイクロ液体流動デバイスにおいて、請求項1に記載の微少構造の機械的振動膜がビエゾ薄膜組成物から構成されていることを特徴とするマイクロ液体流動デバイスである。本構成によれば、液体試料を基板上で、短時間に、正確に移動、固定化できるという効果を有する。

【0008】請求項3に記載の発明によれば、前記マイクロ液体流動デバイスにおいて、請求項2に記載の微少構造の液体流路上に金薄膜が形成され、さらに金薄膜表面上にイオウを含む有機分子によって单分子膜が形成されていることを特徴とするマイクロ液体流動デバイスである。本構成によれば、液体試料の基板上でのスムーズな移動が单分子膜によって可能となり、かつ場所選択性的な試料流動が効率よくできるという効果を有する。

【0009】請求項4に記載の発明によれば、前記マイ

クロ液体流動デバイスにおいて、請求項3に記載の微少構造の液体流路上に設けられた単分子膜が液体組成に対して高い濡れ性を示す化学組成で形成されていることを特徴とするマイクロ液体流動デバイスである。本構成によれば、液体試料の効率的移動をもたらす単分子膜の試料との親和性を向上させて、より高い選択移動特性をもたらすという効果を有する。

#### 【0010】

【発明の実施の形態】以下、本発明を実施するための最小の形態を、図面を参照して説明する。

【0011】図1(a), (b), (c)は本発明のデバイス基板にピエゾ圧電素子及び液体流路を形成させるまでの製造工程を示す。単結晶珪素基板101を1200°Cで熱酸化させ基板101両面に酸化珪素層102を厚み約500nm形成させる。さらに基板片面に、振動版104を形成する。振動版はたとえばプラズマ化学気相法により厚み1μmにした後、窒素雰囲気下800°Cで熱処理を行い形成する。さらに基板101の両面にフォトレストを形成させ、振動版104を設けた反対側の表面に開口部、すなわち液体流路形成部を設け、酸化珪素102を弗酸と弗化アンモニウムの水溶液でバターニングし、開口部103を形成し図1(a)に示す断面図となる。

【0012】そして、振動版104上に、下電極105をスパッタリング法でチタンを厚み5nm、白金の厚み20nmと順番に形成させ、そのバターニングを王水の水溶液で行う。次に、圧電膜106としてPZTを厚み3μmにスパッタリング形成させ、塩酸水溶液でバターニングする。PZT膜の形成方法は近年いろいろな方法が試みられているが、本発明者らは、ニオブを混入した編成PZTに酸化鉛を過剰に加えた焼結体ターゲットを用いて、アルゴン雰囲気中基板加熱なしで高周波スパッタリングを行い形成させた。前期PZTバターニング後、酸素雰囲気中700°Cにて加熱処理を行い、さらに上電極107をスパッタリング法でチタンを厚み5nm、金を厚み200nmの順で形成させ、ヨウ素及びヨウ化カリウム水溶液でバターニングし、図1(b)に示す断面図となる。

【0013】その後、保護膜108を感光性ポリイミドにて厚み2μmに形成させて、電極取り出し部の保護膜を現像により取り除き、400°Cで熱処理を行う。次に、保護膜108を形成した圧電素子側の面を、保護した後、水酸化カリウム水溶液に浸せきし、酸化珪素層102の開口部103から単結晶珪素基板101の異方性エッチングを行い、液体流路109を形成する。水酸化カリウムを用いた場合、短結晶珪素の(110)面と(111)面のエッチングレートの比は300:1程度で300μmの深さの溝をサイドエッチング1μm程度レベルで形成させる事が可能で、液体の流路が形成される。さらに振動版104に接している酸化珪素を弗酸と

弗化アンモニウムの水溶液でエッチング除去し、図1(c)に示す断面図となる。

【0014】図2(a), (b)には液体流動デバイス基板の概要を示した。図2の(a)はデバイス基板の断面図を示しており、また(b)はデバイスの上部構造を示したものである。振動層207は、図1で述べた方法にしたがって形成されるが、各ピエゾ圧電膜204の位置はあらかじめフォトエッチング用マスクで形成される液体流路上201に必要な数だけ設けられるように設計される。その各振動部位間の距離209は例えば2-8mmの範囲である。流路の幅208は例えば約50μmほどで縦方向の深さは、例えば10-100μmの範囲である。

【0015】この流路表面のみにマスキングによって金蒸着膜を一様に形成させる。金薄膜の厚みは例えば100nmである。その後、基板全部をチオール誘導体がある一定濃度で溶けたエタノール溶液中に浸せきさせ、約半日放置後、同じくエタノールで良く洗浄させた後、乾燥させる。金薄膜が存在する部位のみチオール分子が自己組織化して選択的に単分子膜を形成させる。チオール材料は例えば、HOOC(CH<sub>2</sub>)<sub>10</sub>SHで約1mMのエタノール溶液を作成して単分子膜作成に使用する。基板202に設けられた微量液体流路201内に注入される液体は例えば、水溶液（水に溶解する生体材料または人工的に合成された低分子または高分子材料）であれば、上記流路に設けられた単分子膜上のみに固定化され、他の基板表面上には浸透しない。または、基板表面全般に金を蒸着させて、液体流路部分201のみに上記親水性表面となるHOOC(CH<sub>2</sub>)<sub>10</sub>SHエタノール溶液をPDMS（ポリジメチルシリコキサン）で形成されたスタンプ方式で直接導入させ親水性単分子膜を設けた後、CF<sub>3</sub>(CF<sub>2</sub>)<sub>9</sub>(CH<sub>2</sub>)<sub>11</sub>SH, 1mMエタノール溶液に基板を浸透させ、残りの金薄膜表面上に弗素原子によって覆われた単分子膜ができる。

【0016】この構成によって、液体の流動は選択的に表面エネルギーの高い流路のみにとどまり、弗素系チオール単分子膜で覆われた低エネルギー表面領域には浸透せず、よって液体流動方向の制御が可能になる。デバイス基板の液体流路上にある試料溶液は、電極203及び205から加わる特定周波数によって圧電膜204より作られる機械的振動により液体の振動が誘起され、さらに複数の圧電素子との協調的振動パターンによって、液体が流路にそって移動できる最適条件に沿って液体流動が可能になる。

【0017】図3は実際のデバイス構成とその機能プロセスを示した概略図である。303は試料サンブル液体を導入する部分であり、ここから例え、プランジャーポンプによって供給される。303より供給された試料は液体流路301に沿って最初の振動層302上に到達する。振動層上の液体試料は振動層から来る特定周波数によって機械的振動が誘起され、液体が流路に沿って前

進する最適振動強度、周波数で次の振動層に到達する。到着した液体は同じ仮定で流路に沿ってさらに前進するよう振動層が駆動されこのサイクルが繰り替えられることで液体はデバイス液体流路の出口305まで到達する。

【0018】ここで、出口304側から選択的に試料溶液を取り出したい場合、304側の振動層、305側の振動層及び両方の出口流路が交わる交差点部位に設置される振動層の3つの間でそれぞれ異なる周波数を投入して協奏的振動パターンのアルゴリズムを最適化させることで選択的な液体流動プロセスが可能になる。また、あらかじめバッファー液または溶媒のみを全流路に展開しておき、それら溶媒に溶ける試料サンプルを303より供給させ最適振動条件のもと液体サンプルを流路上移動させて流路の交差点にて、上記特定の振動アルゴリズムをコントローラより駆動させるとサンプルの流動性が特定の方向へ制御され例えば、305の方向のみ流動させることが可能である。

【0019】この効果は、例えば、試料として溶媒中と溶ける染料を注入すれば上記の選択的流動プロセスが視覚的に認識できる。さらに、振動層の形状をいろいろ変化させることで液体流動の方向選択性の制御がより効率よく実現できる。また流動速度も上記、振動アルゴリズム及び特異な形状の振動層の組み合わせによって大幅に向上可能である。

#### 【0020】

【発明の効果】本発明によれば、従来の方法とは異なる、チップ基板上で行うマイクロ合成に必要な出発物質の移動供給手段を導入する方法を提供し、マイクロ反応チップ上に設けてある複数の微少な化学反応場に短時間に、効率よく、試料を正確に導入する方法を提供することができる。

#### 【図面の簡単な説明】

【図1】本発明におけるピエゾ振動層デバイスの作成プロセスを示す模式図である。

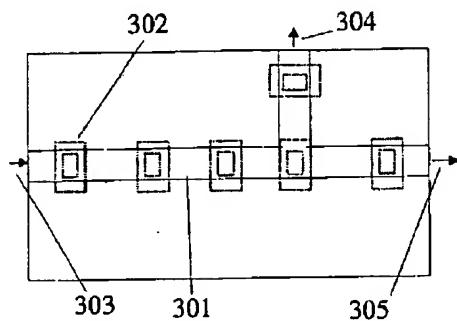
【図2】本発明におけるマイクロ液体流動チップの基本構成を示す模式図である。

【図3】本発明におけるマイクロ液体流動チップ上の液体流動プロセス及びその制御に関する構成の模式図である。

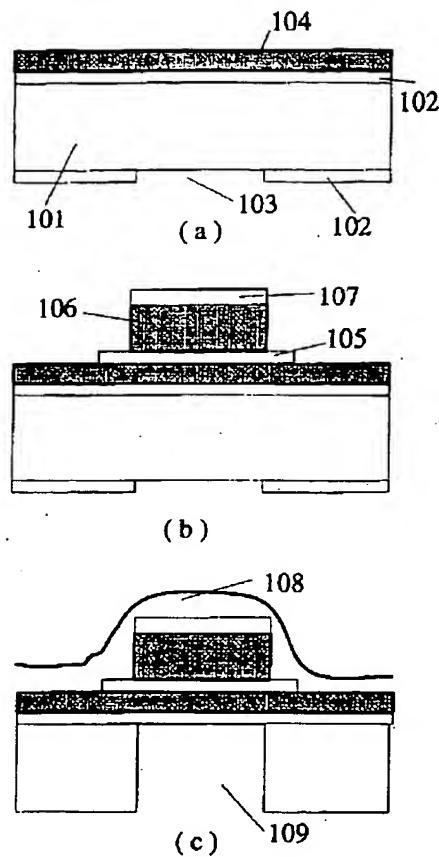
#### 【符号の説明】

- |     |           |
|-----|-----------|
| 101 | 珪素基板      |
| 102 | 酸化珪素層     |
| 103 | 開口部       |
| 104 | ピエゾ振動版    |
| 105 | 下電極       |
| 106 | 圧電層       |
| 107 | 上電極       |
| 108 | 保護層       |
| 109 | 液体流路      |
| 201 | 液体流路      |
| 202 | 珪素基板      |
| 203 | 下電極       |
| 204 | 圧電層       |
| 205 | 上電極       |
| 206 | 保護膜       |
| 207 | ピエゾ振動層    |
| 208 | 流路幅       |
| 209 | 各振動素子間の距離 |
| 301 | 液体流路      |
| 302 | ピエゾ振動素子   |
| 303 | 液体サンプル注入口 |
| 304 | サンプル取り出し口 |
| 305 | サンプル取り出し口 |

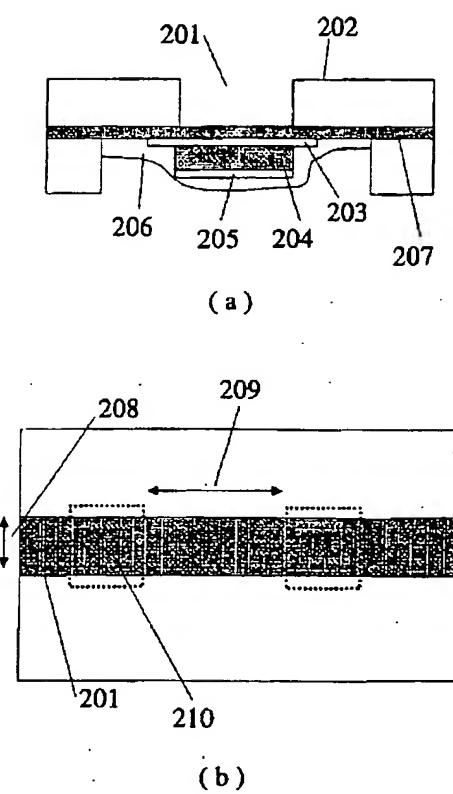
【図3】



【図1】



【図2】



**THIS PAGE BLANK (USPTO)**